(19)【発行国】日本国特許庁 (JP)	(19) [Publication Office] Japanese Patent Office (JP)
(12)【公報種別】公開特許公報 (A)	(12) [Kind of Document] Japan Unexamined Patent Publication (A)
(11)【公開番号】特開平10-110113	(11) [Publication Number of Unexamined Application] Japan U nexamined Patent Publication Hei 10 - 110 113
(43)【公開日】平成10年(1998)4月28日	(43) [Publication Date of Unexamined Application] 1998 (1998) April 28 day
(54)【発明の名称】有色ステンレスフレーク顔料及び有 色金属光沢塗料	(54) [Title of Invention] COLORED STAINLESS STEEL FLA KE PIGMENT AND COLORED METALLIC LUSTER PAINT
(51) 【国際特許分類第6版】	(51) [International Patent Classification 6th Edition]
CO9C 1/62	C09C 1/62
3/06	3/06
CO9D 5/38	C09D 5/38
7/12	7/12
[FI]	[FI]
CO9C 1/62	C09C 1/62
3/06	3/06
CO9D 5/38	C09D 5/38
7/12 Z	7/12 Z
【審査請求】未請求	[Request for Examination] Examination not requested
【請求項の数】 2	[Number of Claims] 2
【出願形態】OL	[Formof Application] OL
【全頁数】 5	[Number of Pages in Document] 5
(21)【出願番号】特願平8-268345	(21) [Application Number] Japan Patent Application Hei 8 - 26 8345
(22)【出願日】平成8年(1996)10月9日	(22) [Application Date] 1996 (1996) October 9 day
(71)【出願人】	(71) [Applicant]
【識別番号】592036977	[Applicant Code] 592036977
【氏名又は名称】日本無機化学工業株式会社	[Name] NIPPON INORGANIC COLOUR & CHEMICAL CO. L TD. (DB 69-164-7531)

【住所又は居所】東京都板橋区舟渡3丁目14番1号

(72)【発明者】

【氏名】鈴木 正郎

【住所又は居所】東京都板橋区舟渡3丁目14番1号 日本無機化学工業株式会社内

(72) 【発明者】

【氏名】吉田 栄

【住所又は居所】東京都板橋区舟渡3丁目14番1号 日本無機化学工業株式会社内

(72) 【発明者】

【氏名】花田 悟美

【住所又は居所】東京都板橋区舟渡3丁目14番1号 日本無機化学工業株式会社内

(72) 【発明者】

【氏名】山本 佳則

【住所又は居所】東京都板橋区舟渡3丁目14番1号 日本無機化学工業株式会社内

(74)【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】山本 亮一 (外1名)

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 鮮やかな有彩色の外観と金属光沢を有し、諸特性に優れ、かつ安価で製造が容易な有色ステンレスフレーク顔料を得る。また、この顔料を配合して、金属光沢や塗膜特性に優れた有色金属光沢塗料を提供する。

【解決手段】 ステンレスフレーク表面が含水二酸化チタン、二酸化チタンのチタン化合物で被覆されてなることを特徴とする有色ステンレスフレーク顔料。

【特許請求の範囲】

[Address] Tokyo Itabashi-ku Funado 3-14-1

(72) [Inventor]

[Name] Suzuki Masao

[Address] Inside of Tokyo Itabashi-ku Funado 3-14-1 Nippon Inorganic Colour & Chemical Co. Ltd. (DB 69-164-7531)

(72) [Inventor]

[Name] Yoshida Sakae

[Address] Inside of Tokyo Itabashi-ku Funado 3-14-1 Nippon Inorganic Colour & Chemical Co. Ltd. (DB 69-164-7531)

(72) [Inventor]

[Name] Hanada Satoru beauty

[Address] Inside of Tokyo Itabashi-ku Funado 3-14-1 Nippon Inorganic Colour & Chemical Co. Ltd. (DB 69-164-7531)

(72) [Inventor]

[Name] Yamamoto Yoshinori

[Address] Inside of Tokyo Itabashi-ku Funado 3-14-1 Nippon Inorganic Colour & Chemical Co. Ltd. (DB 69-164-7531)

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Patent Attorney]

[Name] YAMAMOTO RYOICHI (1 OTHER)

(57) [Abstract] (There is an amendment.)

[Problem] It possesses external appearance and metallic luster of vivid colored, is superiorin characteristics, it obtains colored stainless steel flake pigment whose at same time productionis easy with inexpensive. In addition, combining this pigment, it offers colored metallic luster paint which issuperior in metallic luster and coating characteristic.

[Means of Solution] Stainless steel flake surface being covered with titanium compound of water-containing titanium dioxide and titanium dioxide, the colored stainless steel flake pigment which designates that it becomes as feature.

[Claim(s)]

【請求項1】 ステンレスフレーク表面が含水二酸化チタン、二酸化チタンのチタン化合物で被覆されてなることを特徴とする有色ステンレスフレーク顔料。

【請求項2】 請求項1に記載の有色ステンレスフレーク顔料を配合してなることを特徴とする有色金属光沢塗料。

### 【発明の詳細な説明】

### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、粒子表面がチタン 化合物で被覆されてなる有色ステンレスフレーク顔料及 びこれを配合してなる有色金属光沢塗料に関する。

### [0002]

【 O O O 3 】しかしながら、こうした有色雲母チタン系顔料は非常に複雑な方法で製造されている。低次酸化ケタンを被覆する有色雲母チタン系顔料の製造方法は次の通りである。まずチタンの無機塩類(例えば硫酸チタニル)の水溶液を雲母の存在下で加水分解し、雲母粒~100℃の温度で水素ガスやアンモニアガス等の還元力を有するガスの一種または二種以上によって加熱還元するか、これに金属チタンを混合し、低酸素条件下で 500~100℃で加熱還元して、低次酸化チタンを含むで被覆する。さらにこのチタン化合物で要母を被覆する。さらにこのチタン化合物で被覆するの存在下でチタンの無機塩類(例えば硫酸チタニ

[Claim 1] Stainless steel flake surface being covered with titani um compound of water-containing titanium dioxide and titanium dioxide, the colored stainless steel flake pigment which designates that it becomes as feature.

[Claim 2] Combining colored stainless steel flake pigment which is stated in Claim 1, colored metallic luster paint which designates that it becomes as feature.

### [Description of the Invention]

## [0001]

[Technological Field of Invention] This invention, particle surf ace being covered with titanium compound, combining colored stainless steel flake pigment which becomes and this, regards colored metallic luster paint which becomes.

# [0002]

[Prior Art] Mica titanium type pigment which formed titanium dioxide layer in surface of microscopic flaky mica, becauseit has possessed pearl gloss and interference color, is widely used from untilrecently as cosmetics, paint and plastic or other pigment, but external color is notacquired to be close to white those which display external appearance of the colored which is vivid. In order to solve this, adding iron oxide, iron blue, chromium oxide, the carbon black and carmine or other coloring pigment in mica titanium type pigment which is formed, it had coped, butthere was a problem in safety, stability, light resistance, chemical resistance, the solvent resistance and heat resistance etc. Furthermore in order to solve these problem, mica particle surface is covered withthe titanium dioxide, furthermore colored mica titanium type pigment (Japan Examined Patent Publication Hei 4 - 6 103 2 disclosure, Japan Examined Patent Publication Hei 4-6 103 3 disclosure and Japan Examined Patent Publication Hei 5 -46385 disclosure reference) which was covered with lower titanium oxideand oxidation titanium nitride or other titanium compound is developed.

[0003] But, such colored mica titanium type pigment is produce d very with complex method. manufacturing method of colored mica titanium type pigment which covers lower titanium oxide is as follows. First aqueous solution of inorganic salts (for example titanyl sulfate) of titanium hydrolysis is done underexisting of mica, mica particle surface is covered with water-containing titanium dioxide. Next this thermal reduction it does with one, two or more kinds of gas which possesses hydrogen gas and ammonia gas or other reductive energy with temperature of 500 to 1000 °C, or mixes metallic titanium to this, under low oxygen condition thermal reduction does with the 500 to 1000 °C, it covers mica with titanium compound

ル)の水溶液を加水分解し、粒子表面に含水二酸化チタンを析出させた後、乾燥焼成して二酸化チタンとして、 有色雲母チタン系顔料とする製造方法である。

【 O O O 4 】また、酸化窒化チタンを被覆する有色雲母チタン系顔料の製造方法は、次の通りである。低次像化チタンの場合と同様にして、まず雲母粒子表面に含水二酸化チタンを析出させる。次にこれを 500~1000℃の別度でアンモニアガスまたはアンモニアガスとへリウムがストルゴンガス、窒素ガス等の不活性ガスとの混合がスによって加熱還元して、酸化窒化チタンを含むチタンで被覆して、有色雲母を似って、変異を被覆する。このように従来の有色雲母チタン系顔料を製造する。このように従来の有色雲母チタン系顔料は複雑な方法で製造されるため非常に高価が求められていた。

### [0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は簡単な方法で製造ができ、しかも安価で鮮やかな有彩色の外観を呈し、金属光沢を有する顔料を提供することである。さらにこの有色の金属光沢状顔料を配合することで、安価な有色光沢塗料を提供することである。

### [0006]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、基材として従来用いられた雲母や鱗片状酸化鉄以外に、二酸化タンを被覆した時に鮮やかな有彩色の外観を呈し、金人が適した時に鮮やかな有彩色の外観を呈し、が適していることを見いだした。このステンレス、耐なしていることを見いだした。このステンレス、耐なとを見いだした。安全性、安定性、のを基材とする干渉色顔料は、安全性、安定性、ののステンレス、耐熱を造めて、大きのである。以下に、これをさらに詳述する。

which includes lower titanium oxide. Furthermore it is a manufacturing method where it makes colored mica titanium type pigment hydrolysis it does the aqueous solution of inorganic salts (for example titanyl sulfate) of titanium under existing of mica which was covered with this titanium compound after precipitating, drying and sintering does thewater-containing titanium dioxide in particle surface and as titanium dioxide.

[0004] In addition, manufacturing method of colored mica titan ium type pigment which covers oxidation titanium nitride is asfollows. To similar to case of lower titanium oxide, water-containing titanium dioxide is precipitated firstto mica particle surface. Next this thermal reduction doing with temperature of 500 to 1000 °C with mixed gasof ammonia gas or ammonia gas and helium gas , argon gas and nitrogen gas or other inert gas, it covers mica with titanium compound which includes oxidation titanium nitride. Furthermore covering surface in same way as case of thelower titanium oxide with titanium dioxide, it produces colored mica titanium type pigment. This way if as for conventional colored mica titanium type pigment because it is produced with complex method, very in expensive strainer was not obtained. In addition, from pigment which has gloss was sought.

## [0005]

[Problems to be Solved by the Invention] It is to offer pigment where problem of this invention can doproduction with simple method, furthermore external appearance of vivid coloreddisplays, possesses metallic luster with inexpensive. Furthermore by fact that this colored metallic luster condition pigment is combined, it is to offer inexpensive colored light Taku paint.

### [0006]

[Means to Solve the Problems] As for these inventors, when ot her than mica and flaky iron oxide which are used until recently as substrate, covering titanium dioxide, external appearance of thevivid colored was displayed, result of examining substrate whichpossesses metallic luster discovered fact that stainless steel flake is suitable. interference color pigment which designates this stainless steel flake as substrate, was superior, in characteristics, such as safety, stability, light resistance, chemical resistance, solvent resistance and heat resistance compared toadvanced examination in detail and completed this invention. Namely this invention, stainless steel flake surface being covered with titanium compound of water-containing titanium dioxide and titanium dioxide, is something which designates colored stainless steel flake pigment which becomesas feature in addition, combining above-mentioned colored stainless steel flake pigment, issomething which designates colored metallic luster paint which becomes as feature. Below, 【〇〇〇7】従来の雲母チタン系顔料は、デュポン社の特許(特公昭43-25644号公報参照)に見られるように、雲母を分散してあるチタンの無機塩類(例えば硫酸チタニル)の水溶液を加水分解し、雲母表面に含水二酸化チタンを析出させた後、焼成する方法が一般的である。このようにして得られる雲母チタン系顔料は、雲母粒子表面上に生成した二酸化チタン被覆層の厚さにより銀、金、赤、菫、青、緑へと変化する。干渉色と雲母粒子表面上の二酸化チタン被覆層の厚さとの関係を表1に示す。

[0008]

#### 【表1】

干渉色	TiO。の幾何学的厚さ(μm)
銀	20~40
薄い金~金	40~90
赤	90~110
豊	110~120
青	120~135
緑	135~155
第2オーダーの金	155~175
第2オーダーの菫	175~200

【0009】このように、干渉色は基材を被覆する二酸 化チタンの厚さによって色相が変化するので、基材の種 類(密度)、形状(薄片形状)によって被覆する二酸化 チタンの量を変えなければならない。

#### [0010]

【発明の実施の形態】本発明の実施の形態を、以下に説明する。本発明でステンレスフレーク表面に被覆するチタン化合物は、含水二酸化チタン、二酸化チタンが挙げられる。本発明で使用するステンレスフレークの種類は、市販品のSUS304、SUS316、SUS316上等どの種類でも用いることができ、特にSUS304、SUS316上が好ましい。ステンレスフレークの厚さは  $0.2\sim3.0~\mu$  mが好ましく、より好ましくは  $0.3\sim0.9~\mu$  mである。また平均粒径は  $10\sim50~\mu$  mが好ましく、より好ましくは $20\sim30~\mu$  mである。

this furthermore is detailed.

[0007] As for conventional mica titanium type pigment, as see n in patent (Japan Examined Patent Publication Sho 43 - 25644 disclosure reference) of Dupont Co., aqueous solution ofthe inorganic salts (for example titanyl sulfate) of titanium where mica is dispersed hydrolysis is done, in mica surface water-containing titanium dioxide after precipitating, method which iscalcined is general. mica titanium type pigment which is acquired in this way displays various interference color with thickness of titanium dioxide coating layer which is formed on mica particle surface. interference color silver and gold, changes to red, Sumire, blue and green with content of titanium dioxide in pigment which isformed. Relationship between interference color and thickness of titanium dioxide coating layer on mica particle surface surfaces shown in Table 1.

[8000]

[Table 1]

[0009] This way, because as for interference color hue changes with thickness of the titanium dioxide which covers substrate, quantity of titanium dioxide which iscovered types (density) of substrate, with shape (thin piece shape) must be changed.

[0010]

[Embodiment of Invention] Embodiment of this invention, is explained below . As for titanium compound which with this invention is covered in stainless steel flake surface, you canlist water-containing titanium dioxide and titanium dioxide. SUS 304 of commercial product, be able to use types of stainless steel flake which is used with this invention, any types such as SUS316 and SUS316 L , especially SUS 304 , SUS316 L is desirable. thickness of stainless steel flake 0.2 to 3.0  $\mu mis$  desirable, it is a more preferably 0.3 to 0.9  $\mu m$  In addition average particle diameter 10 to 50  $\mu mis$  desirable, it is a more preferably 20 to 30  $\mu m$ 

【0011】ステンレスフレーク表面に含水二酸化チタ ンを析出ないし沈積させるには、次のように行う。基材 のステンレスフレーク重量に対し、沈積させる二酸化チ タン重量を決定し、チタンの無機塩の必要重量を計算に より求める。これを水に加えて50℃程度まで加熱して溶 解する。溶解しにくい場合は少量の硫酸を加えて完全に 溶解する。次にステンレスフレークを水に分散する。必 要があればホモミキサーのような分散機を用いて分散し てもよい。ステンレスフレークの分散濃度は10重量%程 度でよい。この分散液に前記チタンの無機塩の溶解液を 加えて二酸化チタンとしての濃度が7重量%以下になる ように調整した後、攪拌しながら80℃以上に加熱し、好 ましくは煮沸する。これによりチタンの無機塩が加水分 解し、ステンレスフレーク表面に沈積して含水酸化チタ ン層を形成する。加水分解終了後、中和、水洗、乾燥し た後、粉砕、焼成する。発現する干渉色の色相は、乾燥 及び焼成温度により変化するので、必要とする色相によ り焼成温度を決定する。

【 O O 1 2 】例えば厚さ 0.3~0.9 μm、平均粒径20~30μmのSUS316L ステンレスフレークを基材に用い、40 0 ℃で焼成した場合、干渉色顔料中の二酸化チタン含有率が計算値として3重量%程度であれば赤紫色、6重量%程度であれば青色、9重量%程度で緑色が発現する。

【0013】このようにして得られた干渉色顔料を、適 量の溶剤で希釈した塗料用樹脂に配合して分散すること により、有色の金属光沢塗料が得られる。干渉色顔料の 配合量は、塗料用樹脂固形分 200重量部に対して1~2 00重量部が好ましく、より好ましくは50~ 100重量部で ある。本発明の有色金属光沢塗料に用いられる塗料用樹 脂は、アクリル樹脂、アルキッド樹脂、シリコン樹脂、 ビニルブチラール樹脂、塩化ビニル樹脂、ウレタン樹脂 、不飽和ポリエステル樹脂、フッ素樹脂、メラミン樹脂 、尿素樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂等の従来用 いられているものが使用できる。また用いられる溶剤は 、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素、オレフィン 系化合物、シクロオレフィン系化合物、ナフサ類、メタ ノール、エタノール、イソプロパノール等のアルコール 系化合物、メチルエチルケトン等のケトン系化合物、酢 酸ブチル等のエステル系化合物、トリクロルエチレン等 の塩素系化合物、グリコールのモノエーテルモノエステ ル類及び水等の従来用いられているものが使用できる。 これらの塗料用樹脂及び溶剤は単独で用いてもよいし、 二種以上混合してもよい。

[0011] To stainless steel flake surface water-containing titaniu m dioxide it is precipitated or deposits, or, the following way it does. Vis-a-vis stainless steel flake weight of substrate, titanium dioxide weight which deposits is decided, the necessary weight of inorganic salt of titanium is sought withcalculation. Heating to 50 °C extent this in addition to water, it melts. When it is difficult to melt, it melts completely including sulfuric acidof trace. stainless steel flake is dispersed to water next. If there is a necessity, it is possible to disperse making use of the dispersing machine like homogenizer. dispersed concentration of stainless steel flake may be 10 weight % extent. In order in this dispersion for concentration as titanium dioxide including dissolved liquidof inorganic salt of aforementioned titanium to become 7 wt% or less, afteradjusting, while agitating, it heats to 80 °C or higher, preferably boils. Because of this inorganic salt of titanium does, hydrolysis deposits in the stainless steel flake surface and forms hydrated titanium oxide layer. After hydrolysis ending, neutralization and water wash, after drying, the powder fragment, it calcines. Because hue of interference color which it reveals changes with dryingand calcination temperature, calcination temperature is decided with hue which is needed.

[0012] If to use SUS316 L stainless steel flake of for example t hickness 0.3 to 0.9 µm and average particle diameter 20 to 30 µm for substrate, when it calcines with 400 °C, if titanium dioxide content in interference color pigment it is a 3 wt% extent as the calculated value, it is a red violet and a 6 weight % extent, green color reveals with blue and 9 weight % extent.

10013] Combining to resin for paint, which dilutes interference color pigment which itacquires in this way, with solvent of suitable amount colored metallic luster paint isacquired by dispersing. As for compounded amount of interference color pigment, 1 to 200 parts by weight is desirable vis-a-vis theresin solid component 200 parts by weight for paint, it is a more preferably 50 to 100 parts by weight. acrylic resin, alkyd resin, silicon resin, vinyl butyral resin, vinyl chloride resin, urethane resin, the unsaturated polyester resin, fluororesin, melamine resin, urea resin, epoxy resin and those which the phenolic resin or other until recently are used can use resin for paint which is used for colored metallic luster paint of this invention. In addition toluene, xylene or other aromatic hydrocarbon, olefin compound and cycloolefin compound, themono ether monoester of naphtha, methanol, ethanol, isopropanol or other alcohol compound, methylethyl ketone or other ketone compound, the butyl acetate or other ester type compound, trichloroethylene or other chlorine compound and glycol and those which water or other untilrecently are used can use solvent which is used. It is possible to use resin and solvent for these paint with thealone and, 2 kinds or more it is possible to mix.

【 O O 1 4 】本発明のチタン化合物で被覆された有色ステンレスフレーク顔料は、鮮やかな有彩色の外観と金属光沢を有し、かつ諸特性に優れており、しかも安価で容易に製造できる。またこの有色ステンレスフレーク顔料を配合することで、諸特性に優れ、かつ得られる塗膜が干渉色と金属光沢とを有する安価な有色金属光沢塗料を得ることができる。

#### [0015]

【実施例】次に、本発明を実施例、比較例を挙げて説明 する。

#### 実施例1

ステンレスフレーク 100g(SUS316L 市販品、厚さ 0.5  $\mu$  m、平均粒径25  $\mu$  m)を水 800 m + に添加して十分に 攪拌して分散した(基材分散液)。硫酸チタニル結晶(二酸化チタン含有率32%)10 g を水 100 m + に添加して 加温しながら溶解した(硫酸チタニル水溶液)。前記基材分散液に濃硫酸 0.1 g を加えて加温し、次いで前記硫酸チタニル水溶液全量を加え、攪拌しながら 100 で 5 ~10 分保持した。冷却後、濾過、水洗、乾燥した。この乾燥物を 400 で 0.5 ~1 時間焼成した後、冷却して粉砕してステンレスフレーク顔料粉末 103 g を回収した。 得られた粉末は外観色、干渉色とも赤紫色の金属光沢を呈するものであった。

#### 【0016】実施例2

硫酸チタニル結晶(二酸化チタン含有率32%)を20g用いた以外は実施例1と同様にステンレスフレーク顔料を製造し、粉末106gを回収した。得られた粉末は外観色、干渉色とも青色の金属光沢を呈した。

## 【0017】実施例3

硫酸チタニル結晶(二酸化チタン含有率32%)を30g用いた以外は実施例1と同様にステンレスフレーク顔料を製造し、粉末109gを回収した。得られた粉末は外観色、干渉色とも緑色の金属光沢を呈した。

【0018】実施例1~3で得られたステンレスフレーク顔料粉末を試料とし、下記の方法で評価した。

[0014] Colored stainless steel flake pigment which was covered with titanium compound of this invention to have theexternal appearance and metallic luster of vivid colored, at same time we to besuperior in characteristics, furthermore it can produce easily with theinexpensive. In addition by fact that this colored stainless steel flake pigment is combined, it is superior in the characteristics, it can acquire inexpensive colored metallic luster paint where coating which at sametime is acquired has with interference color and metallic luster.

### [0015]

[Working Example(s)] Next, this invention listing Working Example and Comparative Example, you explain.

## Working Example 1

Adding stainless steel flake 100g ( SUS316 L commercial product , thickness 0.5  $\mu m$  and average particle diameter 25  $\mu m$  ) to water 800 ml, agitating to fully, it dispersed ( substrate dispersion ). Adding tit anyl sulfate crystal (titanium dioxide content 32 %) 10g to water 100 ml, while heating, it melted ( tit anyl sulfate aqueous solution ). While heating to aforementioned substrate dispersion including concentrated sulfuric acid 0.1 g, agitating including aforementioned tit anyl sulfate aqueous solution total amount next, 5 to 10 min you kept with 100 °C. After cooling, filtration and water wash , it dried. 0.5 to 1 hour after calcining, cooling this dried matter with 400 °C, the powder fragment doing, stainless steel flake pigment powder 103 g it recovered. as for powder which is acquired external color and interference colorit was something which displays metallic luster of red violet.

## [0016] Working Example 2

20g other than using titanyl sulfate crystal (titanium dioxide content 32 %), it produced stainless steel flake pigment in thesame way as Working Example 1, powder 106g recovered. as for powder which is acquired external color and interference colorthe metallic luster of blue was displayed.

# [0017] Working Example 3

30g other than using titanyl sulfate crystal (titanium dioxide content 32%), it produced stainless steel flake pigment in thesame way as Working Example 1, powder 109g recovered as for powder which is acquired external color and interference colorthe metallic luster of green color was displayed.

[0018] It designated stainless steel flake pigment powder which is acquired with Working Example 1 to 3 as sample, appraised with below-mentioned method.

- ・ (1) 外観色、干渉色:肉眼により識別した。
- (2) 耐酸性: 試料5gを50mlの比色管に入れ、これに10%塩酸溶液30mlを加えて分散した後、静置して24時間後の色を肉眼で観察した。
- (3) 耐アルカリ性: 試料5gを50m l の比色管に入れ、これに10%水酸化ナトリウム溶液30m l を加えて分散した後、静置して24時間後の色を肉眼で観察した。
- (4) 耐溶剤性: 試料4gを50mlの比色管に入れ、これにキシレン溶液20mlを加えて分散し、静置後濾過して濾液の色を肉眼で観察した。
- (5) 耐光性: 試料20gを小型のステンレスバットに薄層になるように入れ、紫外線ランプを 120時間照射した後、肉眼で照射前の色と比較した。
- (6) 耐熱性:試料5gを20m I 磁性ルツボに入れ、大 気中 400℃で1時間焼成し冷却した後、焼成前の色と肉 眼で比較した。これら評価結果を表2に示した。表2中 の判定は下記の通りとする。
- 〇 ……色調に変化なく、安定している。
- △ ……わずかに色調が変化し、褪色が見られる。
- × ····褪色し、白色に変化している。

表 2 からわかるように、本発明のチタン化合物で被覆された有色のステンレスフレーク顔料は色調にすぐれ、耐酸性、耐アルカリ性、耐溶剤性、耐光性、耐熱性にも優れている。

[0019]

【表2】

- (1) External color and interference color : It identified due to naked eye .
- (2) Acid resistance: You inserted sample 5g in color compariso n tube of 50 ml, after dispersing to this including  $10\,\%$  hydrochloric acid solution 30 ml, standing doing, you observed colorafter  $2\,4$  hours with naked eye.
- (3) Alkali resistance: You inserted sample 5g in color comparis on tube of 50 ml, after dispersing to this including 10 % sodium hydroxide solution 30 ml, standing doing, you observed colorafter 2 4 hours with naked eye.
- (4) Solvent resistance: You inserted sample 4g in color comparison tube of 50 ml, you dispersed to this including xylene solution 20 ml, after standing filtered and observed the color of filtrate with naked eye.
- (5) Light resistance: Sample 20g was inserted in order in stainles s steel plate of miniature to become the thin layer, 12 0 hour after irradiating ultraviolet lamp, was compared with the color before irradiating with naked eye.
- (6) Heat resistance: You inserted sample 5g in 20 ml porcelain crucible, 1 hour calcined with 400 °Cin atmosphere and after cooling, you compared with color and naked eyebefore calcining. These evaluation result were shown in Table 2. Decision in Table 2 makes below-mentioned sort.

It stabilizes in .circ. .... color tone without change.

 $\Delta$  .... color tone changes barely, can see fading.

X .... fading it does, has changed in white.

As understood from Table 2, colored stainless steel flake pigmen t which was covered with thetitanium compound of this invention is superior in color, is superior even in the acid resistance, alkali resistance, solvent resistance, light resistance and heat resistance.

[0019]

[Table 2]

粉末特性		外額色	干涉色	耐酸性	耐アルカリ性	耐溶剂性	耐光性	耐熱性
実施 例 No.	1	赤 <b>紫</b>	赤紫	0	0	0	0	0
	2	Ħ	青	0	0	0	0	0
	3	⊉	韓	0	0	0	0	0

## 【0020】実施例4

メラミンアルキッド樹脂66gに、実施例1で得られた赤紫色金属光沢のステンレスフレーク顔料10gとシンナー6gを加えてペイントシェーカーで分散し、赤紫色金属光沢塗料を得た。該塗料を軟鋼板にバーコーダーで膜厚83μmになるように塗布し、常温で30分放置後、120℃で30分焼き付け処理して試験塗膜を得た。

## 【0021】実施例5

実施例2で得られた青色金属光沢顔料10gを用いた以外は実施例4と同様に行って試験塗膜を得た。

#### 【0022】実施例6

実施例3で得られた緑色金属光沢顔料10gを用いた以外は実施例4と同様に行って試験塗膜を得た。

【0023】実施例4~6で得られた試験塗膜を、下記の方法で評価した。

- (1) 光沢: 肉眼により識別した。
- (2) 耐酸性(安定性):試験塗膜を20℃、10%塩酸溶液に浸漬し、静置して1日後、7日後の試験塗膜表面を肉眼で観察した。
- (3) 耐アルカリ性(安定性):試験塗膜を20℃、10% 水酸化ナトリウム溶液に浸漬し、静置して1日後、7日 後の試験塗膜表面を肉眼で観察した。
- (4) 耐光性:試験塗膜に紫外線ランプを48時間照射し、色差計により照射前後の色差(ΔE)を測定した。

これら評価結果を表3に示した。表3からわかるように、本発明の有色金属光沢塗料は優れた金属光沢を有し、耐酸性、耐アルカリ性、耐光性にも優れている。

[0024]

### [0020] Working Example 4

It dispersed to melamine alkyd resin 66g, with paint shaker including stainless steel flake pigment 10g and thethinner 6g of red violet metallic luster which is acquired with Working Example 1, acquired the red violet metallic luster paint. In order in soft steel panel with bar coater to become film thickness 83  $\mu$ m, it applied the said paint, with ambient temperature after 30 min leaving, 30 min bake-on did with the 120 °C and acquired test coating.

### [0021] Working Example 5

Other than using blue metallic luster pigment 10g which is acquired with Working Example 2 doing in the same way as Working Example 4, it acquired test coating.

## [0022] Working Example 6

Other than using green color metallic luster pigment 10g which is acquired with Working Example 3 doing in the same way as Working Example 4, it acquired test coating.

[0023] Test coating which is acquired with Working Example 4 to 6, was appraised with the below-mentioned method.

- (1) Luster: It identified due to naked eye.
- (2) Acid resistance (stability): It soaked test coating in  $20\,^{\circ}$ C, and  $10\,^{\circ}$ C hydrochloric acid solution standing did and observed test coating surface after 1 day and after 7 day with naked eye.
- (3) It soaked alkali resistance (stability): test coating in  $20\,^{\circ}\mathrm{C}$ , and  $10\,^{\circ}\mathrm{K}$  sodium hydroxide solution standing did and observed test coating surface after 1 day and after 7 day with naked eye.
- (4) Light resistance: Ultraviolet lamp 4.8-hour was irradiated to test coating, chrominance ( $\Delta E$ ) of lightingfront and back was measured due to color difference meter.

These evaluation result were shown in Table 3. As understood f rom Table 3, colored metallic luster paint of this invention has metallic lusterwhich is superior, is superior even in acid resistance, alkali resistance and the light resistance.

[0024]

塗料 <b>塗膜</b> 特性		光沢	耐酸性		耐アルカリ性		耐光性 ( Δ E )
			1 日後	7日後	1 日後	7日後	(AE)
実施	4	良好	良好	膨れ発生	良好	膨れ発生	0.4
例	5	良好	良好	影れ発生	良好	膨れ発生	0. 2
No.	6	良好	良好	膨れ発生	良好	彫れ発生	0. 2

#### [0025]

【発明の効果】本発明によれば、鮮やかな有彩色の外観と金属光沢を有し、諸特性に優れ、かつ安価で製造が容易な有色ステンレスフレーク顔料を得ることができる。また、この顔料を配合することにより、金属光沢や塗膜特性に優れた有色金属光沢塗料を提供できる。

# [0025]

[Effects of the Invention] According to this invention, it posses ses external appearance and metallic luster of the vivid colored, is superior in characteristics, it can acquire colored stainless steel flake pigment whoseat same time production is easy with inexpensive. In addition, colored metallic luster paint which is superior in metallic luster and coating characteristic by combining this pigment, can be offered.